

## IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): M. YOSHIDA, et al.

Serial No.: Rule 1.53(b) continuation of U.S. Patent  
Application Serial No. 09/581,814, filed June  
19, 2000

Filed: Herewith

For: ABRASIVE METHOD OF POLISHING TARGET MEMBER AND  
PROCESS FOR PRODUCING SEMICONDUCTOR DEVICE

Group of parent: 3723

Examiner of parent: D. Nguyen

CLAIM FOR PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

January 11, 2002

Sir:

Pursuant to the requirements of 35 USC §119 and 37 CFR  
§1.55, Applicants hereby claim the right of priority based on  
Japanese Patent Application Nos. 9/349240, filed on December  
18, 1997, 10/83042 and 10/85043 filed on March 30, 1998.

A certified copy of the above-identified Japanese patent  
applications was submitted on June 19, 2000, in prior  
application Serial No. 09/581,814, filed June 19, 2000.

Respectfully submitted,

ANTONELLI, TERRY, STOUT & KRAUS, LLP

---

Ralph T. Webb  
Registration No. 33,047

1300 North Seventeenth Street  
Suite 1800  
Arlington, VA 22209  
Tel.: 703-312-6600  
Fax.: 703-312-6666  
RTW:lcb

J1017 U.S. PTO  
10/042271  
01/11/02



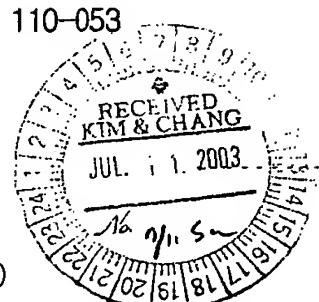
3746

출력 일자: 2003/7/11

발송 번호 : 9-5-2003-026443514  
발송일자 : 2003.07.10  
제출기일 : 2003.09.10

수신 : 서울 종로구 내자동 219 한누리빌딩(김&  
장 특허법률사무소)  
장수길 귀하

## 특허청 의견제출통지서



출원인	명칭 히다치 가세고교 가부시끼가이사 (출원인코드: 519980964480) 주소 일본국 토쿄도 신쥬구구 니시신주구 2쵸오메 1반 1고
대리인	성명 장수길 외 1명 주소 서울 종로구 내자동 219 한누리빌딩(김&장 특허법률사무소)
출원번호	10-2003-7005273
발명의 명칭	연마제

이 출원에 대한 심사결과 아래와 같은 거절이유가 있어 특허법 제63조의 규정에 의하여 이를 통지하오니 의견이 있거나 보정이 필요할 경우에는 상기 제출기일까지 의견서[특허법시행규칙 별지 제25호의2서식] 또는/및 보정서[특허법시행규칙 별지 제5호서식]를 제출하여 주시기 바랍니다.(상기 제출기일에 대하여 매회 1월 단위로 연장을 신청할 수 있으며, 이 신청에 대하여 별도의 기간연장승인을 받지는 하지 않습니다.)

[이 유틸]

1. 이 출원의 특허청구범위 제1항에 기재된 발명은 그 출원전에 이 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 아래에 지적한 것에 의하여 용이하게 발명할 수 있는 것이므로 특허법 제29조제2항의 규정에 의하여 특허를 받을 수 없습니다.

본원발명의 청구범위 제1항은 산화세륨 일자를 매체에 분산시켜 분산일자의 제타전위를 한정한 슬러리를 포함하는 연마제에 관한 것으로 본 출원전에 공개된 국내공개특허공보 특 1996-13577(1996.5.22)호의 상세한 설명에서 수성매질에 분산된 연마슬러리에 금속산화물입자의 제타전위가 수성매질의 pH에 따라 제타전위가 결정되는 구성이 기재되어 있어 본원은 수성매질의 pH에 따라 변하는 제타전위의 범위를 한정한 것에 불과하고 이로인한 효과에 있어서도 쉽게 예측할 수 있는 정도의 것으로 본원은 통상의 지식을 가진자가 상기 인용참조으로부터 용이하게 발명할 수 있는 정도의 것으로 특허법 제29조 제2항의 규정에 의거 특허받을 수 없습니다.

2. 이 출원은 특허청구범위의 기재가 아래에 자적한 바와 같이 불비하여 특허법 제42조제4항의 규정에 의한 요건을 충족하지 못하므로 특허를 받을 수 없습니다.

본원 발명의 청구범위 제1항 및 제2항에 있어서 제타전위와 농도 변화율의 하한치가 기재되어 있지 아니하여 불명확한 수치한정으로서 발명의 구성이 불명료하고, 또한 2개 이상의 결정자로 산화세 품의 입자를 기재하면서 분산되는 입자를 포괄적으로 기재하고 있어 보호받고자 하는 사항을 명확하고 간결하게 기재하였다고 볼 수 없어 특허법 제42조 제4항의 규정에 위배되어 특허받을 수 없습니다.

## [첨 부]

첨부1 국내공개특허공보 특1996-13577호 사본1부 .

출력 일자: 2003/7/11

2003.07.10

특허청

심사3국

정밀화학심사담당관실

심사관 최성근



<<안내>>

문의사항이 있으시면 ☎ 042-481-5575 로 문의하시기 바랍니다.

특허청 직원 모두는 깨끗한 특허행정의 구현을 위하여 최선을 다하고 있습니다. 만일 업무처리과정에서 직원의 부조리행위가 있으면 신고하여 주시기 바랍니다.

▶ 홈페이지([www.kipo.go.kr](http://www.kipo.go.kr))내 부조리신고센터

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)(51) Int. Cl.<sup>6</sup>  
B24D 3/00(45) 공고일자 2003년 02월 11일  
(11) 등록번호 10-0362141  
(24) 등록일자 2002년 11월 11일

(21) 출원번호	10-1995-0034358	(65) 공개번호	특1996-0013577
(22) 출원일자	1995년 10월 06일	(43) 공개일자	1996년 05월 22일
(30) 우선권주장	08/319213 1994년 10월 06일 미국(US)		
(73) 특허권자	캐보트 마이크로일렉트러닉스 코포레이션 미국 일리노이 60504 어오리 커먼스 드라이브 870		
(72) 발명자	데이비드제이.플럭 미합중국 61863일리노이즈페소텀피이.오.박스 69알마아이 청-홍홍 미합중국 61821일리노이즈캠페인우드헤븐드라이브 2802 마이클에미.루캐럴리 미합중국 61938일리노이즈매튼맥기니시플레이스? 매튜네빌 미합중국 61821일리노이즈캠페인파이어톤레인 2314 데브라린쉐버 미합중국 95662캘리포니아주오렌지베일하이우드웨이 8120 하상구, 하영숙		
(74) 대리인			

설명 : 경영도(54) 화학기계 적금속층연마방법및연마슬러리**요약**

적정된 액상 매개물에 일정하게 분산된 순도가 높고 미세한 금속 산화입자로 구성된 금속층의 화학기계적 연마에 사용하는 연마액에 관한 것이다.

**도표도****도 1****도 2****도 3****도 4**

제1도는 본 발명의 품드(fumed) 알루미나의 금속산화물입자를 50,000배 확대한 전자현미경 사진이다.

제2도는 본 발명의 연마슬러리에 사용되는 품드 알루미나의 금속 산화물 입자의 응집체 크기 분포를 표시하는 그래프이다.

제3도는 본 발명의 연마슬러리에 사용되는 품드 실리카의 금속 산화물 입자의 응집체 크기 분포를 표시하는 그래프이다.

제4도는 X축의 pH값과, Y축의 mV단위로 표시한 제타전위의 이론적 플로트의 그래프이다.

제5도는 본 발명의 연마슬러리를 사용한 일련의 웨이퍼의 텅스텐 연마속도와 열산화물에 관한 선택도에 대한 입자 조성의 효과를 표시하는 도면으로, X축은 웨이퍼 번호를, Y축은 텅스텐의 연마속도를 A/min로 표시하고 있다.

제6도는 본 발명의 연마슬러리를 사용한 일련의 웨이퍼의 텅스텐연마속도에 대한 입자 형상, 상 및 고체 할량의 효과를 표시하는 도면으로, X축은 웨이퍼 번호를, Y축은 텅스텐의 연마속도를 A/min으로 표시하고 있다.

제7도는 본 발명의 연마슬러리를 사용한 일련의 웨이퍼의 알루미나 연마속도와 열산화물 선택도를 표시하는 도면으로, X축은 웨이퍼 번호를, Y축은 알루미나의 연마속도를 A/min로 표시하고 있다.

제8도는 시간의 함수로서 침전률의 총량을 플로팅함으로써 톨로이드 안정성에 있어서, 제타전위와 응집체 크기 분포의 영향을 표시하는 도면이다.

**발명의 상세한 설명****발명의 목적**

#### **설명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술**

본 말명은 반도체장치의 평탄화를 위한 화학기계적 연마슬러리에 관한 것으로, 더욱 상세하게 설명하는 글을 출판하기 위해 사용하는 화학적, 기계적 연마슬러리에 관한 것이다.

CMP 산화물 공정을 위해 미용 가능한 증례의 면마슬러리는 산성 또는 알칼리성 용액에 실리카나 알루미나 등과 같은 연마재를 함유하고 있다. 예를 들어서, Jerbic의 미국 특허 제5,245,790호에는, 초음파-에너지와 KOH 용액 중의 실리카를 기본으로 하는 슬러리를 사용하는 반도체 웨이퍼의 화학적, 기계적 연마방법에 대해 개시하고 있다. Yu 등의 미국 특허 제5,244,534호에는, 절연층 안에 전도성 플러그를 형성하는 방법에 대해 개시하고 있다. 플러그의 재료로 텅스텐 등을 사용하여 처리한 결과, 증례의 플러그 형성 기술을 사용한 경우보다 절연층 표면이 더욱 무수하였다. 1차 CMP공정에서 절연재를 거의 제거하지 않고 예측 가능한 속도로 텅스텐을 제거하기 위해 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 같은 연마입자와 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>와 같은 에칭제와 KOH나 NH<sub>4</sub>OH로 이루어지는 슬러리가 사용된다. 2차 CMP공정에서는, 산화알루미늄과 같은 연마재 및 과산화수소의 산화성분과 물로 이루어지는 슬러리를 사용한다. 유사하게, Yu등의 미국 특허 제5,209,816호에는, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O 및 고형 연마재로 조성된 CMP 연마슬러리에 대해 개시되어 있는 반면, Medellin의 미국 특허 제5,157,876호와 미국 특허 제5,137,544호에는, 물, 콜로이드 실리카, 차마암소산화나트륨을 함유한 표백제의 혼합물을 포함하는 무용력 반도체 웨이퍼 연마용 CMP제(stress free CMP agent)에 대해 개시하고 있다. Cote 등의 미국 특허 제4,956,313호에는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 미립자, 탈이온수, 염기 및 산화제로 조성된 슬러리에 대해 개시되어 있다.

CMP는 산화물표면을 연마하기 위하여 수년동안 널리 사용되고 있으며, 최근의 반도체산업에서는 금속층의 연마에 CMP기술과 연마슬러리가 사용되고 있다. 그런데, 일부 연마슬러리와 연마기술이 텁스텐, 알루미늄, 구리 등과 같은 금속층, 필름 및 플러그에 직접 적용되고는 있지만, 소자의 제조를 위한 이들 금속층의 화학적, 기계적 연마에 대해서는 충분히 이해되지 않거나, 개발이 미비하다. 그 결과, 금속층에 상의 설리카나 알루미나 슬러리를 사용하는 것은 만족스럽지 않은 연마성능과 불량한 품질의 소자를 과한다. 그러므로, 바람직하지 않은 오염물질이나 표면결합없이, 균일한 금속층을 생성하는 개선된 화학적 기계적 연마기술과 연마슬러리가 필요하다.

본 발명은 안정된 수성 매질(aqueous medium)에 균일하게 분산된 고순도의 미세한 금속산화물 입자로 이루어지는 반도체소자의 금속율 연마용 화학적, 기계적 연마슬러리를 제공하고자 하는 것이다. 본 발명의 입자는  $40 \sim 430\text{m}^2/\text{g}$ 의 범위의 표면적을 갖고 있으며, 응집체 크기의 분포는 대략 1.0미크론 미만, 평균적인 응집체 직경은 0.4미크론 미만이며, 입자사이의 반데르발스 힘(van der vaals force)에 반밀하고 그것을 극복하기에 충분한 힘을 갖는 것이다. 바람직한 실시예에서, 금속 산화물입자는 대략  $\pm 10\text{nm}$ 을 갖는 최대 제타전위를 갖고 있다. 또, 본 발명은 본 발명의 연마슬러리로 텁스텐층을 연마하는 방법을 포함한다.

(설시예)

본 발명은 수성 매질에 균일하게 분산된 고순도의 미세한 금속 산화물 입자로 구성된 화학적, 기계적 연마물리기에 관한 것이다.

본 발명의 입자는, 대략 40 ~ 430m<sup>2</sup>/g의 벌위의 표면적을 갖고 있으며, 응집체 크기의 분포는 대략 1.0미크론 미만, 평균적인 응집체 직경은 0.4 미크론 미만이며, 입자 사이의 반데르발스 힘(van der vaals force)에 반발하고, 이것을 극복하기에 충분한 힘이 있다는 점에서 종래의 연마제와는 다르다. 제1도는 본 발명의 연마슬러리 중에서 품드 알루미나(fumed alumina)의 금속 산화물 입자의 TEM(transmission electron micrograph)이다.

통상 BET라고 칭해지는 S. Brunauer, P. H. Emmet 및 J. Teller, J. Am. Chemical Society 60권 309쪽(1938)에 기재된 절소 흡착법에 의해 측정되는, 입자의 표면적은 대체로  $40 \sim 430 \text{m}^2/\text{g}$ 의 범위이다. 입자는 요구되는 연마도에 따라 슬러리의 0.5% ~ 55%를 차지한다. 금속산화물 입자의 연마도는 입자의 조성, 결정도, 알루미늄의 알파나 감마 등과 같은 결정상의 함수이다. 요구되는 선택도와 연마도를 얻기 위해서는 결정도와 입자의 상뿐만 아니라, 특별한 연마슬러리에 대해 어떤 미세한 산화금속이 자가 선택되느냐에 따라 최적 표면적과 로딩 레벨(loading level)이 달라진다는 것을 알게 된다. 알루미늄에서 높은 선택도가 요구되는 경우, 약  $70\text{-}170 \text{m}^2/\text{g}$  범위의 표면적을 갖는 알루미나 입자의 고체 시멘트에서 좋은 선택도가 요구되는 경우, 더 적은 표면적에서 즉,  $70 \text{m}^2/\text{g}$  미만에서 알루미나 입자의 경계가 12 중량% 미하인 것이 바람직하다. 더 적은 표면적에서 즉,  $70 \text{m}^2/\text{g}$  미만에서 알루미나 입자의 경

우, 7% 미만의 고체로딩이 바람직하다. 마찬가지로 낮은 선택도가 요구되는 경우에는, 미세한 금속산화물입자가 품드 실리카일 때,  $40\sim250\text{m}^2/\text{g}$  범위의 표면적이 약 0.5~20중량% 범위에 존재한다는 것이 밝혀졌다.

본 발명의 금속 산화물 입자는 고순도이고, 연마가 진행되는 동안 스크래치, 구멍 자국, 디버트(divot), 표면 결함을 피하기 위하여, 응집체 크기 분포가 약 1.0 미크론 미만이다. 제2도와 제3도에는 품질 다른 경우, 본 발명의 금속 산화물 입자의 응집체 크기 분포가 각각 설명되어 있다. 고도 알루미나와 실리카의 경우, 본 발명의 금속 산화물을 입자의 응집체 크기 분포가 각각 0.01% 미만(100ppm)인 것을 의미하는 것은 전체 불순물의 할유량이 대체로 1% 미만, 바람직하게는 0.01% 미만(100ppm)인 것을 의미하는 것이다. 불순물의 원인은 대체로 원료를 절 불순물과 공정 중의 불순물을 포함한다. 입자의 응집체 크기는 한다. 불순물의 원인은 대체로 원료를 절 불순물과 공정 중의 불순물을 포함한다. 입자의 응집체 크기는 1차 입자(각각의 응해된 구 형상체)의 분기된 3차원 고리의 치수를 의미한다. '입자'는 1차 입자를 말하는 것이다. '응집체 입자'라는 용어는 상호교환 가능하게 사용되고 있지만, 그러한 언급은 부적합하며 오해를 일으킬 수 있는 것이다. 예를 들면 '입자 크기'라는 용어가 일반적으로 의미하는 것은 실제로는 '1차 입자'의 크기가 아니라 '응집체' 입자 또는 '응집체'의 평균적 최대 디멘션(dimension)이다. 따라서, 응집체 와 1차 입자를 주의하여 이해하고, 구별하는 것이 이 분야의 전문가에게 필요하다.

바람직한 실 시예에서, 금속산화물입자는  $0.3\text{ }\mu\text{m}$  미만의 평균 응집체 크기 분포를 가지며, 또한  $\pm 10\text{ m}\text{Pa}$ 보  
다 큰 최대 제타전위를 갖고 있다. 제타전위 ( $\zeta$ )는, 전기적인 2중층의 한계를 벗어난 전단평면과 액의  
용적 사이의 액 중에서 특정한 전위차이다. 제타전위는 제4도에 표시한 수성 매질의 pH에 따라 결정된다.  
다. 주어진 금속산화물을 입자의 조성에서 등전점은 그점으로부터의 제타전위가 0일 때의 pH로 정의된다.  
pH가 등전점으로부터 멀어지면서 증가하거나 감소할 때, 표면전하는 양 (+) 또는 부 (-)로 각각 증가한  
다. pH의 증가나 감소가 계속되면, 표면전하는 접근선에 도달하여, 접근선을 최대 제타전위라고 한다.  
최대 제타전위와 등전점은 금속 산화물을 조성의 함수이며, 최대 제타전위는 수성 매질에 대한 염 ( $\text{Na}^+$ )의  
첨가에 의해 영향을 받는다는 것에 유념해야 한다. 제타전위의 좀 더 완전한 논문은 R. J. Hunter가 쓴  
*Zeta Potential in Colloid Science*(Academic Press, 1981년)를 참조하기 바란다.

제단전위를 직접 측정할 수 없다 하더라도, 제단전위는 전기영동, 계면동전 음파진폭 및 초음파 진동전자를 표시하는 분석기술 등을 같은 다양한 곳지의 기술에 의해 측정할 수 있다.

본 발명에서 제작전위는 Matec MBS-8000(Matec Applied Science, Inc., Hopkington, Mass)로부터 입수할 수 있으며, 사용한 계면도적 음파진동의 출점에 의해 설정된 결과이다.

첨전, 음진, 및 산화성 성분의 분해에 대해 산화성 성분을 포함한 연마슬러리를 안정시키기 위해 계면활성제, 고분자 안정제 또는 다른 계면활성 분산제와 같은 다양한 첨가제가 사용될 수 있다. 본 발명에 사용되는 다양한 종류의 적당한 계면활성제는 모두 여기에 참고되고 있는 예를 들어, Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3판, Vol. 22(John Wiley & Sons, 1983); Sisley & Wood, Encyclopedia of Surface Active Agents(Chemical Publishing Co., Inc, 1946)과 예를 들어 McCutcheon의 emulsifiers & Detergents, North American and International Edition(McCutcheon Division, The MC Publishing Co., 1991)을 포함한 유용한 제조 문헌; Ash, The Condensed encyclopedia of Surfactants (Chemical Publishing Co., Inc. 1989); Ash, What Every Chemical Technologist Wants to Know About. . . Emulsifiers and Wetting Agents, Volume I (Chemical Publishing Co., Inc. 1998); Tadros, Surfactants(Academic Press, 1984); Napper, Polymeric Stabilization of Colloidal Dispersion(Academic Press, 1983); 및 Rosen, Surfactants & Interfacial Phenomena, 2판(John Wiley

& Sons, 1989)에 발표되어 있다.

일반적으로, 본 발명에서 계면활성제와 같이 사용된 첨가제의 양은 연마슬러리의 효과적인 입체 안정화를 달성하기에 충분해야 하며, 선택된 특정한 계면활성제와 금속산화물 입자의 표면의 특성에 따라 변화한다. 예를 들어서, 선택된 계면활성제의 양이 충분하지 않으면, 안정화의 효과가 극히 미약하거나 없다. 한편, 계면활성제가 너무 많으면, 연마슬러리내에서 거품이 일거나 침전이 생긴다. 그 결과, 계면활성제 등과 같은 첨가제가 0.001~10중량%의 범위에서 존재해야 한다. 또, 첨가제는 연마슬러리에 직접 첨가되거나 또는 공지의 기술을 사용하여 금속산화물입자표면에 처리되어야 한다. 이들 모든 경우에, 첨가제의 양은 연마슬러리 내에서 필요한 농도로 맞추기 위해 조절된다.

본 발명의 산화 금속입자는 대체로, 침전시킨 알루미나, 품드 실리카나 품드 알루미나이며, 품드 실리카나 품드 알루미나가 적당하다. 품드 알루미나와 실리카의 제조는 수소 또는 산소의 화염 중에서 예를 들면 사염화규소나 염화알루미늄 등의 적합한 재료의 피드스탁 증기(feedstock vapor)를 가수분해하는 것과 함께 포화하는 공지의 기술에 의해 가능하다. 구형상의 용융입자는 연소과정에서 형성되며, 그 직경은 용융구형을 정한 매개변수에 따라 변화한다. 통상 1차 입자라고 불리는 품드 실리카나 알루미나의 이를 용융구형을 정한 접촉점에서 서로 충돌하여 상호 융합하여 3차원의 분기사슬과 같은 융집체를 형성한다. 융집체를 분리하기 위해 필요한 힘은 상당히 크며, 때로는 비가역적이다. 네각과 회수가 진행되는 동안, 융집체는 더욱 충돌하며 약간의 기계적인 유틸리를 일으켜 덩어리를 형성하게 된다. 덩어리는 반대로 밸스 힘에 의해 더듬어지거나 또는 손으로 유지되고, 적당한 매질 중에서 적당한 분산에 의해 덩어리가 나뉘어지는 역행이 일어날 수 있다.

첨가된 금속산화물입자는 통상의 방법에 의해 만들어지며, 대체로 높은 열 농도와 산이나 다른 응고제의 영향 하에 따라 수성 매질로부터 필요한 입자의 응고에 의해 형성된다. 입자는 이 분야의 속련된 사람들에게 잘 알려진 공지의 기술에 의해 여과되고, 세척되고, 건조되어, 다른 반응생성물의 잔류물로부터 분리된다.

일단 제조되면, 풀로이드 분산액을 형성하기 위해 탈이온수가 금속산화물을 서서히 첨가된다. 증래의 기술에 의해 분산액이 고전도으로 혼합함으로써 연마슬러리가 완성된다. 풀로이드 안정성을 최대화하기 위해 등전점으로부터 멀어지도록 연마슬러리의 pH를 조정된다. 본 발명의 연마슬러리는 웨이퍼의 필요한 금속층에 사용하기 적합한 다른 표준 연마장치와 함께, 1개의 패키지 시스템(안정된 수성 매질 중에 금속산화물을 입자, 필요한 경우 산화성 성분을 포함)나 2개의 패키지 시스템(제 1패키지는 안정된 수성 매질 중의 금속산화물을 입자로 이루어지고, 제 2패키지는 산화성 성분으로 이루어진다)로서 사용된다. 금속산화물입자가 존재하는 상태에서 시간의 경과에 따라 산화를 성분이 분해되거나 가수분해하는 경우에는 2개의 패키지 시스템이 사용된다. 2개의 패키지 시스템에서는 연마하기 전에 산화를 성분을 연마슬러리에 첨가된다.

본 발명의 연마슬러리는 표면 불완전과 결점을 최소화하면서 원하는 연마 속도로 금속층을 연마하는데 효과적이라는 것이 밝혀졌다. 본 발명의 연마슬러리의 비현정적인 실시예가 다음에 주어진다.

(실시예 1)

2종류의 연마슬러리를 준비하였다. 제1연마슬러리는 3중량%의 품드 알루미나, 5중량%의 질산 제2철 및 나머지가 탈이온수로 조성되었다. 제2연마슬러리는 품드 실리카 3중량%, 질산 제2철 5중량% 및 나머지 탈이온수로 조성되었다. 상기 두 연마슬러리의 특성을 표1에 표시하였다. 2종류의 연마슬러리를 두께가 약 7500Å인 텅스텐층의 화학적, 기계적 연마에 사용하였다. 연마상태와 성능결과를 표2에 표시하였다.

표 1

첨가제	금속(%)	수분(%)	pH	기타(%)	수
풀로이드	50	80	> 5.0	33.2 단위	-
수	50	80	10.0	> 1.2	단위 수

표 2

금속(%)	수분(%)	웨이퍼 속도 (mm/min)	웨이퍼 온도 (°C)	온도 (°C)	선택도	불일-
품드 알루미나	5	25.0	50	50	110	1
수	50	80	50	50	200	10 : 1

(\* = 열 산화률; +고 = 웨이퍼당 10개 미하의 결함)

표2에서 보듯이, 또, 제5도에 설명되어 있듯이, 본 발명의 두 연마재는 고품질의 웨이퍼 표면과 적합한 연마속도를 달성하기에 충분하였다. 또, 금속산화물입자의 성분과 그 산은 텅스텐층의 연마속도와 선택도에 영향력이 있다는 것을 알 수 있다(예를 들어서 텅스텐과 열산화물 사이의 연마속도의 비). 그 결과, 텅스텐의 층을 연마하기 위해 선택된 특정한 금속 산화물을 필요한 선택도와 연마속도에 따라 결정된다.

(실시예 2)

비교를 위해, 시판용 알루미나 8중량%, 질산제 2철 5중량% 및 나머지가 탈이온수로 조성된 증래의 연마슬러리를 준비하였다. 연마슬러리는 두께가 약 7500Å인 텅스텐층의 화학적, 기계적 연마에 사용하였다. 실시예1과 동일한 조건에서, 시판용 알루미나의 연마슬러리는 750 Å/min를 제거하고, 저품질의 웨이퍼를 제조하였다. 시판용 알루미나의 연마슬러리에 의해 얻어진 연마속도는 대부분의 연마에는 부적합하였다.

(실시예 3)

五 3

면적(㎢)	면적(㎢)		면적(㎢)	면적(㎢)
	(%)	(%)		
50~100	66	66	> 20~50	20% 감소
2	66	56	> 30	20% 감소
3	50	47	> 40	20% 감소
4	35	37	> 50	20% 감소
5	100	87	> 70	20% 감소

五 4

연도	수량	증가률	부수 증가율	수익률 분석		판매	판매액
				(%)	(%)		
1	5	200	100	20	45%	50:1	서
2	5	200	100	25	35%	110:1	서
3	5	200	100	25	37%	94	서
4	6	200	50	50	50.00	54	서
5	6	200	50	50	44.44	54	서

(+ 열 산화물, + 고=웨이퍼당 10개 미하의 결합, 저=웨이퍼당 100개 이상의 결합)

(실시예 4)

폴드 실리카 8중량%, 질산제 2중 5중량% 및 나머지가 탈이온수로 조성된 연마슬러리를 준비하였다. 연마슬러리의 상세한 특성을 표 5에 표시하였다. 살기 연마슬러리는 두께가 약 7500 Å인 알루미늄 층을 화학적·기계적으로 연마하는데 사용하였으며, 연마상태와 성능에 대해 표 6에 표시하였다.

五 5

법·자·인·증	판·권·지·점	증·인·지·점	기·인·지·점·수·면·도	증·인·지·점
증·인·지·점	70	100	~12	"증·인·지·점"

开 6

(+ 연산자를 사용한 웨이퍼달 10개 미학의 결합)

표면에 표시되고, 그 위에서 설명되었듯이, 불발명의 연마슬러리는 표면

제작품명	제작자	제작일	제작설명		제작수	설계도	설계자
			(제작자)	(제작일)			
제작	9	200	80	20	2000	800	2

이 표지의 노은 안을 미는 속과 웨이퍼의 전향한 역마슬도를 탈성하기에 충분하다.

(설정면 5)

(설사에 3) 블로이드 안정에 대한 응집체 크기 분포와 최대 제타전위의 효과를 설명하기 위해서 2종류의 연마슬러리를 준비하였다. 제1연마슬러리는 본 발명에서 설명된 바와 같이 품드 알루미나 8중량%, 질산제2철 5중량% 및 나머지가 탈이온수로 조성된다. 제2연마슬러리는 울트라로스 M100의 상품명으로 판매되는 침제 알루미나 8중량%로 조성된다. 연마슬러리의 다른 특성을 표7에 표시하였다.

표 7

연마습리	표면적 (m²/g)	평균침입체 크기 (μ)	수용률(%)
1	M <sub>1</sub>	34.3	22
2	V <sub>1</sub>	48.8	16

제8도는 24시간동안 침전시킨 각각의 연마슬러리에 생긴 산화 금속입자의 양을 설명한다. 입자는 빅 가드너사에서 생산된 다이노메터(Dynometer) 기기를 사용하여 측정한다. 이미 설명하였듯이 본 발명의 제1연마슬러리에서는 아무런 침전물이 검출되지 않았다. 반면에 시판중인 제2연마슬러리에는 24시간동안 계속적으로 침전물이 축적됨을 보였다. 상기 기간의 중반부에서 알루미나의 대부분이 침전하여 조밀하고, 단단한 케이크(cake)를 형성한다. 이때 케이크를 재분산시킨 후, 연마슬러리를 안정시키는 추가 단계가 없이 사용되면, 제2연마슬러리는 연마속도가 낮고, 웨이퍼 위에 심각한 굽힘을 발생시켜 저품질의 웨이퍼가 생성된다.

여기에서 설명된 것처럼, 본 발명의 연마슬러리는 평평하지 않은 형태와, 물질의 층, 및 굽힌 자국, 거칠음, 또는 먼지같은 오염 입자를 포함한 표면의 결함을 제거하기 위한 화학적, 기계적 평면화 작업에 제통히 유용하다. 그 결과, 종래의 에치백(etch back) 기술에 비해 본 연마슬러리를 사용하는 반도체 제조공정은 표면 품질과 소자의 신뢰도 및 수율이 향상된다. 비록, 미세한 금속산화물 입자가 알루미나와 실리카에 적용되었지만 이러한 원리는 게르마니아, 세리아(산화 세륨), 티타늄, 질화 티타늄, 및 텉스텐 티타늄과 같은 다른 미세한 금속 산화물 입자에도 적용될 수 있다. 또한 금속 산화물 입자는 티타늄, 질화 티타늄, 및 텉스텐 티타늄과 같은 기총은 물론, 구리나 티타늄과 같은 다른 금속 표면의 연마에도 사용될 수 있다.

본 발명은 지금까지 설명한 실시 예로만 한정되는 것이 아니며, 본 발명의 범위와 취지로부터 벗어남이 없이 다양한 변화와 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있다.

### (57) 청구의 범위

청구항 1. 기판의 금속 층을 화학적, 기계적으로 연마하기 위한 방법에 있어서,

(a) 수성 매질 중에 균일하게 분산되고, 표면적이  $40 \sim 430 \text{m}^2/\text{g}$ 의 범위이며, 응집체 크기 분포가 약 1.0미크론 미만이고, 평균 응집체 직경이 0.4미크론 미만이고, 입자를 사이의 반데르발스 힘에 반발하고 이를 극복하기에 충분한 힘을 갖는 고순도의 알루미나 입자로 이루어지는 안정한 상태의 화학적, 기계적 연마슬러리를 제공하는 단계와;

(b) 반도체 기판 상의 금속 층을 상기 슬러리에 의해 화학적, 기계적으로 연마하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 2. 제1항에 있어서, 상기 금속층은 텉스텐, 알루미늄, 구리, 티타늄 및 이들의 합금으로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 3. 제2항에 있어서, 상기 금속층이 텉스텐인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 4. 제3항에 있어서, 상기 텉스텐 층이 티타늄, 질화 티타늄, 텉스텐 티타늄 및 그 혼합물을 구성된 군으로부터 선택된 하나 이상의 기총을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5. 제1항에 있어서, 상기 입자가 약 0.5~55 중량%의 범위로 존재하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 6. 제1항에 있어서, 상기 알루미나 입자가  $70\text{m}^2/\text{g}$  미만의 표면적을 갖고, 상기 연마슬러리 내에 약 7중량%미만의 범위로 존재하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 7. 제1항에 있어서, 상기 알루미나 입자가  $70\text{m}^2/\text{g} \sim 170\text{m}^2/\text{g}$  범위의 표면적을 갖고, 상기 연마슬러리 내에 12 중량% 미만의 범위로 존재하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8. 제6 또는 제7항에 있어서, 상기 알루미나가 침전된 알루미나 또는 품드 알루미나인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9. 제1항에 있어서, 상기 입자가  $\pm 10\text{mV}$ 보다 큰 최대 제타전위를 갖는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 10. 제1항에 있어서, 상기 연마슬러리가 산화성 성분을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 11. 제10항에 있어서, 상기 산화성 성분이 산화 금속oks인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12. 제10항에 있어서, 상기 산화성 성분이 산화금속oks인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13. 제10항에 있어서, 상기 산화성 성분이 칼슘, 알루미늄염, 나트륨염, 칼륨염, 암모늄염, 4차 암모늄염, 포스포늄염, 과산화물, 염소산염, 과염소산염, 과망간산염, 과황산염 및 그 혼합물을 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 14. 제1항에 있어서, 상기 연마슬러리가 계면활성제를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 15. 제14항에 있어서, 상기 계면활성제가 비미온성 계면활성제, 음미온성 계면활성제, 양미온성 계면활성제, 양쪽성 계면활성제 및 이들의 혼합물을 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 16. 제14항에 있어서, 상기 계면활성제는 폴리알릴실록산, 폴리아릴실록산, 폴리옥사일킬렌에테르 및 그 혼합물 및 공중합체로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 17. 금속 층을 연마하기 위한 연마슬러리에 있어서, 수설 매질중에 균일하게 분산되어 있고, 표면적이  $40 \sim 430\text{m}^2/\text{g}$ 의 범위이고, 응집체 크기 분포가 1.0미크론 미만이고, 응집체 평균 직경이 0.4 미크론 미만인 고순도 알루미나 입자를 포함하고, 그 입자를 사이의 반데르발스 힘에 반발하고 이를 극복하기에 충분한 힘을 가지며, 플로이드적으로 안정한 화학적, 기계적 연마슬러리.

청구항 18. 제17항에 있어서, 상기 입자가 0.5~55중량%의 범위로 존재하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 19. 제17항 있어서, 상기 알루미나 입자는  $70\text{m}^2/\text{g}$ 미만의 표면적을 갖고, 7중량% 미만의 범위로 상기 연마슬러리 내에 존재하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 20. 제17항에 있어서, 상기 알루미나 입자는  $70 \sim 170\text{m}^2/\text{g}$  범위의 표면적을 갖고, 12중량% 미만의 범위로 상기 연마슬러리 내에 존재하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 21. 제19 또는 제20항에 있어서, 상기 알루미나는 침전된 알루미나 또는 품드 알루미나인 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 22. 제17항에 있어서, 상기 입자가  $\pm 10\text{mV}$ 보다 큰 최대 제타전위를 갖는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 23. 제17항에 있어서, 상기 연마슬러리는 계면활성제를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 24. 제23항 있어서, 상기 계면 활성제는 비이온성 계면활성제, 음이온성 계면활성제, 양이온성 계면활성제, 양쪽성 계면활성제 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 25. 제23항에 있어서, 상기 계면활성제가 폴리알킬실록산, 폴리아릴실록산, 폴리옥시알킬렌에테르 및 그 혼합물 및 공중합체로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 26. 금속 층을 연마하기 위한 연마슬러리에 있어서, 수설 매질중에 균일하게 분산되어 있고, 표면적 이  $40 \sim 430\text{m}^2/\text{g}$ 의 범위이고, 응집체 크기 분포가 1.0미크론 미만이고, 응집체 평균 직경이 0.4미크론 미만인 고순도 알루미나 입자를 포함하고, 그 입자를 사이의 반데르발스 힘에 반발하고 이를 극복하기에 충분한 힘을 가지며, 또한 산화성 성분을 포함하고, 플로이드적으로 안정한 화학적, 기계적 연마슬러리.

청구항 27. 제26항에 있어서, 상기 입자가 0.5~55중량%의 범위로 존재하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 28. 제26항에 있어서, 상기 알루미나 입자가  $70\text{m}^2/\text{g}$ 미만의 표면적을 갖고, 7중량% 미만으로 연마슬러리 내에 존재하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 29. 제26항에 있어서, 상기 알루미나 입자가  $70 \sim 170\text{m}^2/\text{g}$  미만범위의 표면적을 갖고, 12중량% 미만의 범위로 연마슬러리 내에 존재하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 30. 제28 또는 제29항에 있어서, 상기 알루미나가 침전된 알루미나 또는 품드 알루미나인 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 31. 제26항에 있어서, 상기 입자가  $\pm 10\text{mV}$ 보다 큰 최대 제타전위를 갖는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 32. 제26항에 있어서, 상기 산화성성분이 산화 금속염인 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 33. 제26항에 있어서, 상기 산화성 성분이 산화 금속 치물인 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 34. 제26항에 있어서, 상기 산화 성분이 철염, 알루미늄염, 나트륨염, 칼륨염, 암모늄염, 4차암모늄염, 포스포늄염, 과산화물, 염소산염, 과염소산염, 과망간산염, 과황산염 및 그 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 35. 제26항에 있어서, 상기 연마슬러리가, 상기 산화성 성분의 분해를 막고 연마슬러리의 플로이드 안정성을 유지하기에 충분한 양의 첨가제를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 36. 제35항에 있어서, 상기 첨가제가 계면활성제인 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

청구항 37. 제35항에 있어서, 상기 계면활성제는 비이온성 계면활성제, 음이온성 계면활성제, 양이온성 계면활성제, 양쪽성 계면활성제 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

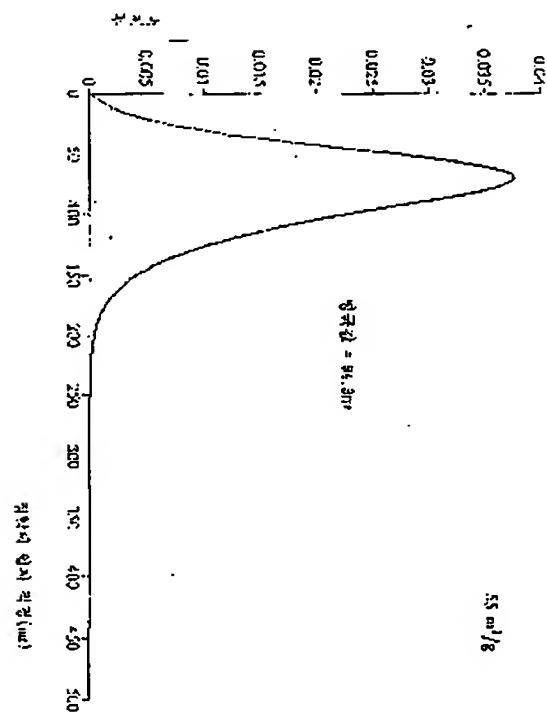
청구항 38. 제36항에 있어서, 상기 계면활성제는 폴리알킬실록산, 폴리아릴실록산, 폴리옥시알킬렌에테르 및 그 혼합물 및 공중합체로 구성된 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

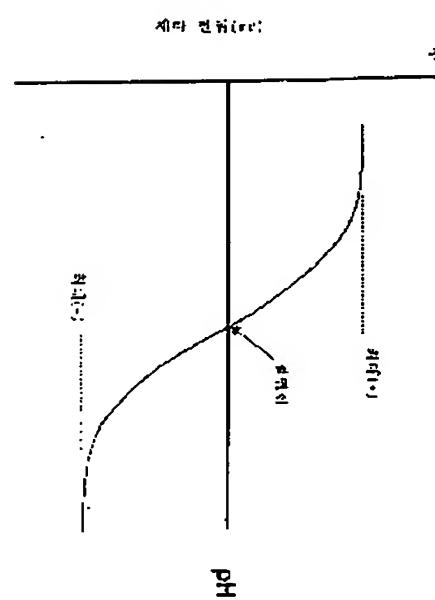
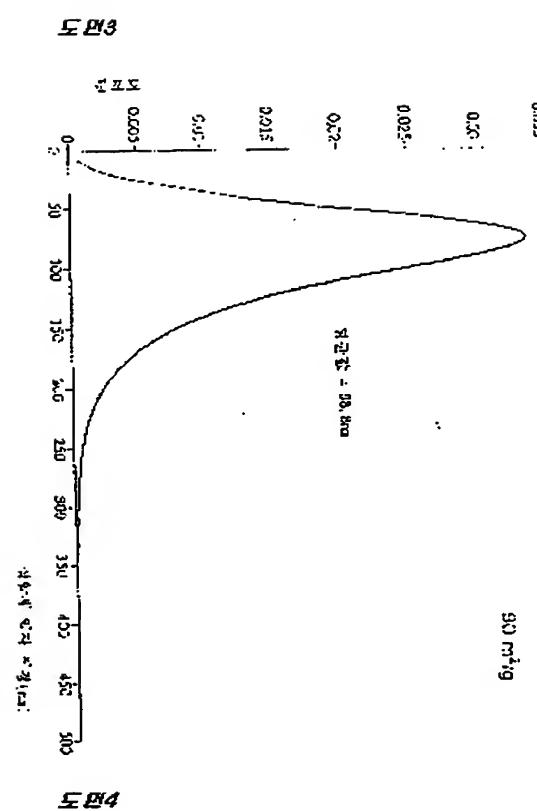
청구항 39. 제26항에 있어서, 상기 알루미나 입자가 50%이상의 감마상을 포함하는 품드 알루미나이고, 상기 산화성 성분이 질산철인 것을 특징으로 하는 연마슬러리.

图 2

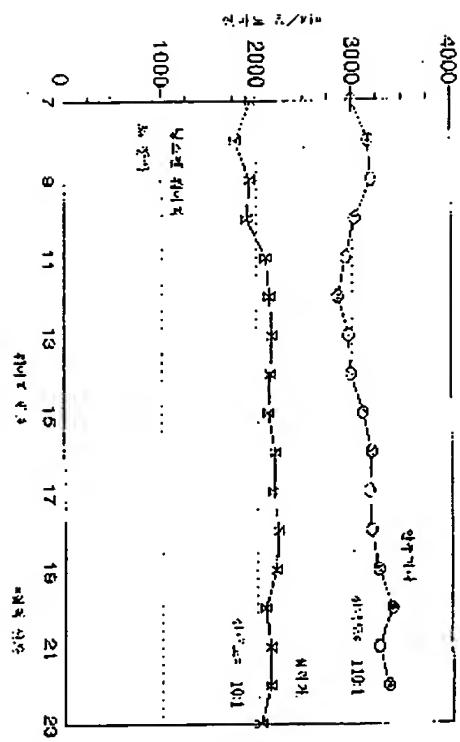


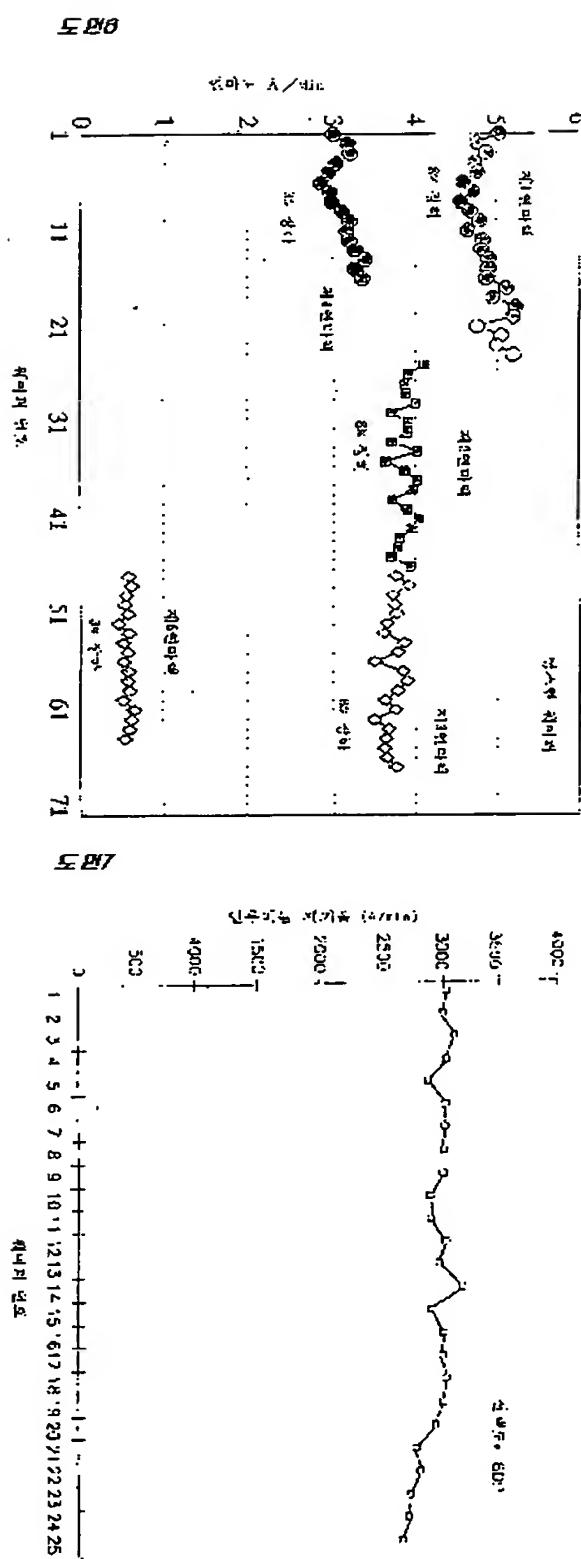
图 2





525





588

